

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada akhir bulan Januari 2025 hingga akhir awal bulan Agustus 2025. Adapun lokasi pelaksanaan penelitian dilakukan di Laboratorium Elektronika BRIN Cisitu. Sedangkan untuk karakterisasi sel surya dilakukan di Laboratorium Karakterisasi BRIN Cisitu.

3.2 Alat dan Bahan

Bahan dan alat yang digunakan untuk riset ini berasal dari Laboratorium Elektronika BRIN Cisitu.

3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi neraca analitik, *spin coater*, *furnace*, *ultrasonic bath*, *UV ozone cleaner*, *doctor blade*, pemanas Listrik, pengaduk magnet, *vortex mixer*, mikropipet 1mL dan 200 μ L, *sun simulator*, *X-Ray Diffractometer* (XRD), *Scanning Electron Microscope* (SEM), spektrofotometer UV-Vis, *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS), oven, pemotong kaca, botol vial, gelas kimia, *capton tape*.

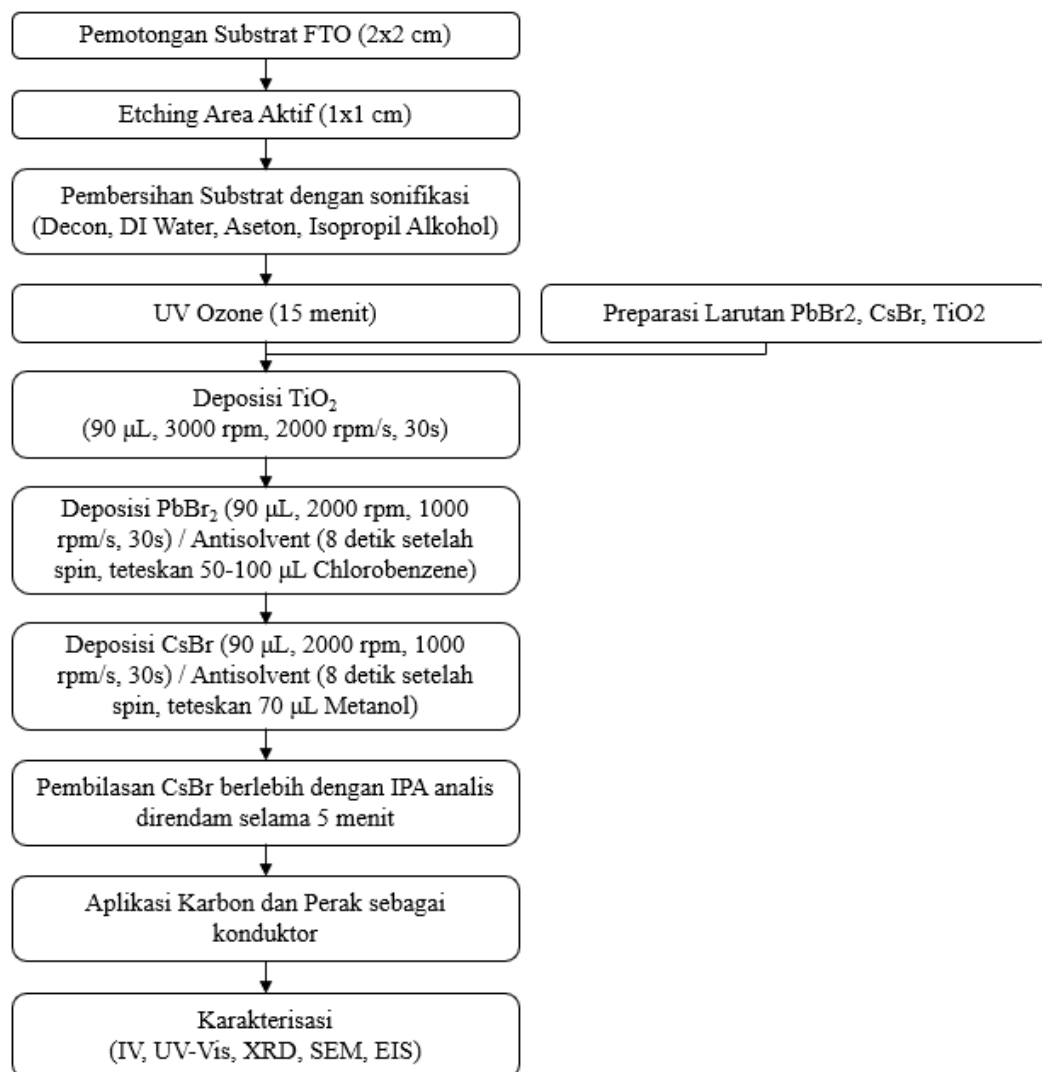
3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kaca *Fluorine-doped Tin Oxide* (FTO), PbBr_2 , CsBr , TTDIP, DMF, H_2O , etanol analis, klorobensen, metanol, isopropil alkohol (IPA) analis, sabun decon, aseton, pasta karbon *Dyename*, HCl , *silver conductive pen*.

3.3 Alur Penelitian

Alur penelitian dapat dilihat pada bagian alir penelitian yang ditunjukkan pada Gambar 3.1. Alur penelitian dimulai dengan persiapan substrat FTO melalui pemotongan, etching, dan pembersihan secara bertahap serta perlakuan UV-Ozon; diikuti deposisi ETL TiO_2 dan prekursor perovskite PbBr_2 via metode *spin coating*

berparameter terkontrol, di mana variasi klorobenzena ditambahkan sebagai antisolven pada detik ke-8 proses pelapisan PbBr_2 ; kemudian dilanjutkan deposisi CsBr dengan antisolven metanol pada detik ke-8 spin-coating untuk membentuk film CsPbBr_3 murni, termasuk variasi skema antisolven ganda ($\text{CB} + \text{MeOH}$); setiap lapisan di-anneal pada suhu yang telah ditentukan untuk meningkatkan kristalinitas; langkah selanjutnya menerapkan kontak karbon dan silver pen untuk pengukuran listrik; terakhir, dilakukan karakterisasi UV-Vis, XRD, SEM, EIS, dan I-V untuk mengevaluasi pengaruh rekayasa antisolven terhadap efisiensi dan stabilitas sel surya CsPbBr_3 .



Gambar 3.1 Bagan alir penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian ini mencakup preparasi kaca konduktif FTO, pembuatan larutan PbBr_2 , CsBr , dan TiO_2 , beserta metode *two step deposition* dengan variasi kontrol dan dengan rekayasa antisolven, beserta karakterisasi yang digunakan.

3.4.1 Preparasi Substrat FTO

Kaca konduktif yang digunakan untuk penelitian ini adalah *fluorine-doped tin oxide* (FTO), FTO dipotong 2x2 cm kemudian dilakukan etching. kaca FTO yang sudah dipotong 2x2 cm dicuci dalam 4 pelarut untuk mematiskan kaca bersih, dan kemudian di UV-Ozon untuk meningkatkan *wetability* dan menghilangkan senyawa organik sisa.

3.4.1.1 Pemotongan dan Persiapan Substrat

Substrat *fluorine-doped tin oxide* (FTO) glass dengan *sheet resistance* 15 Ω/sq (Greatcell Solar) dipotong menjadi ukuran 2×2 cm menggunakan pemotong kaca diamond. Ukuran ini dipilih berdasarkan standar penelitian perovskit solar cell untuk memastikan area aktif yang konsisten dan memudahkan proses karakterisasi. Proses pemotongan dilakukan dengan hati-hati untuk menghindari retakan mikro yang dapat mempengaruhi konduktivitas substrat.

3.4.1.2 Proses Etching

Bagian tengah substrat FTO dengan dimensi 1×1 cm dietching menggunakan *capton tape* sebagai *masking*. Area ini akan menjadi area aktif dari sel surya perovskit yang akan dikarakterisasi. Proses etching dilakukan menggunakan larutan asam klorida (HCl 2M) untuk menghilangkan lapisan FTO pada area yang tidak diinginkan, sehingga menciptakan pola konduktor yang tepat.

3.4.1.3 Pembersihan Substrat FTO

Substrat FTO yang telah dietching kemudian dibersihkan melalui serangkaian proses pembersihan bertahap yang dimulai dengan pembersihan dengan decon,

substrat dicuci menggunakan detergen Decon untuk menghilangkan kontaminan organik dan partikel debu yang menempel pada permukaan. Substrat kemudian dibersihkan dengan air deionisasi (H_2O), Substrat dibilas dengan air deionisasi untuk menghilangkan residu detergen dan kontaminan ionik. Setelah itu pembersihan dengan aseton dilakukan, substrat direndam dalam aseton dan disonikasi untuk menghilangkan kontaminan organik yang tersisa. Pembersihan dengan isopropil alkohol menjadi tahap akhir pembersihan menggunakan propanol untuk memastikan permukaan substrat benar-benar bersih dan siap untuk proses deposisi. Setiap tahap pembersihan dilakukan dalam ultrasonic bath selama 15 menit pada suhu ruang untuk memastikan pembersihan yang optimal.

3.4.1.4 Treatment UV Ozone

Setelah proses pembersihan, substrat FTO dimasukkan kedalam UV-Ozon selama 15 menit untuk meningkatkan wettability permukaan dan menghilangkan kontaminan organik yang tersisa. Perlakuan UV-Ozon ini penting untuk memastikan adhesi yang baik antara substrat FTO dengan lapisan lapisan transport elektron yang akan dideposisi selanjutnya.

3.4.2 Preparasi Larutan

Preparasi larutan dalam fabrikasi sel surya perovskit $CsPbBr_3$ terbagi menjadi 3, TiO_2 sebagai ETL, kemudian larutan $PbBr_2$ dan $CsBr$. Larutan $PbBr_2$ menggunakan DMF dengan pemanasan $90^\circ C$ untuk memastikan disolusi sempurna, sementara larutan $CsBr$ memanfaatkan air deionisasi sebagai pendekatan ramah lingkungan yang menggantikan pelarut organik beracun. Larutan TiO_2 kompak menggunakan prekursor organo-metalik (*Titanium diisopropoxide bis(acetylacetonate)*) dalam etanol untuk mendapatkan larutan TiO_2 .

3.4.2.1 Preparasi Larutan $PbBr_2$

Larutan $PbBr_2$ disiapkan dengan melarutkan 367 mg $PbBr_2$ (99.99%, Sigma Aldrich) dalam 1 ml *N,N-dimethylformamide* (DMF, 99.99%, Sigma Aldrich) untuk mendapatkan konsentrasi 1 M. Larutan dipanaskan pada suhu $90^\circ C$ sambil diaduk menggunakan magnetic stirrer hingga $PbBr_2$ larut sempurna.

George Enrique Sanjaya, 2025

ANALISIS PENGARUH ANTISOLVEN KLOBENZENA DAN METANOL TERHADAP SEL SURYA PEROVSKIT $CsPbBr_3$ DENGAN METODE DEPOSISI DUA LANGKAH

Universitas Pendidikan Indonesia | repository.upi.edu | perpustakaan.upi.edu

3.4.2.2 Preparasi Larutan CsBr

Larutan CsBr disiapkan dengan melarutkan CsBr (99.99%, Sigma Aldrich) dalam air deionisasi dengan konsentrasi 250 mg/ml. Larutan diaduk pada suhu ruang menggunakan vortex hingga CsBr larut sempurna. Penggunaan air sebagai pelarut merupakan pendekatan ramah lingkungan yang menggantikan pelarut organik konvensional.

3.4.2.3 Preparasi Larutan TiO₂

Larutan *compact* TiO₂ disiapkan dengan melarutkan 156,6 μ L larutan 0.15 M *Titanium diisopropoxide bis(acetylacetonate)* (75 wt% in isopropanol, Sigma Aldrich) dalam 3 mL etanol. Larutan diaduk pada suhu ruang menggunakan vortex hingga larut sempurna.

3.4.3 Variasi Kontrol

Variasi ini sebagai sel surya yang tidak menggunakan rekayasa antisolven, menjadi kontrol dari riset ini.

3.4.3.1 Deposisi Lapisan TiO₂

Lapisan *compact* TiO₂ dideposisi menggunakan metode *spin coating*. Sebanyak 90 μ L larutan TiO₂ diteteskan pada substrat FTO yang sudah di UV-Ozon selama 15 menit. Proses *spin coating* dilakukan dengan parameter 3000 rpm, akselerasi 2000 rpm/s selama 30 detik. Setelah deposisi, substrat diannealing pada suhu 125°C selama 10 menit, kemudian di furnace pada 500°C selama 15 menit.

3.4.3.2 Deposisi Lapisan PbBr₂

Larutan PbBr₂ yang telah dipanaskan hingga 90°C dideposisi pada lapisan TiO₂ yang telah dipanaskan di suhu yang sama menggunakan *spin coating*. Sebanyak 90 μ L larutan PbBr₂ diteteskan dan di-spin coat dengan parameter 2000 rpm, akselerasi 1000 rpm/s selama 30 detik. Substrat kemudian diannealing pada suhu 90°C selama 40 menit untuk membentuk lapisan PbBr₂ yang stabil.

3.4.3.2 Deposisi Lapisan CsBr

Sebanyak 200 μL larutan CsBr yang sudah dipanaskan bersama dengan layer PbBr_2 yang belum didinginkan langsung dideposisi pada lapisan PbBr_2 menggunakan *spin coating* dengan parameter 2000 rpm, akselerasi 1000 rpm/s selama 30 detik. Setelah deposisi, substrat diannealing pada suhu 250°C selama 5 menit, kemudian didinginkan selama 5 menit. Substrat selanjutnya dibilas dalam isopropil alkohol (IPA) hingga jenuh untuk menghilangkan CsBr berlebih, dan diannealing kembali pada 250°C selama 5 menit.

3.4.3.3 Aplikasi *Carbon Back Contact*

Pasta karbon diaplikasikan menggunakan teknik *doctor blade*. Lapisan karbon kemudian di-curing pada suhu 120°C selama 10 menit. *Silver conductive pen* diaplikasikan pada permukaan karbon sebagai kontak elektrik untuk pengukuran I-V.

3.4.4 Variasi PbBr_2 dengan Rekayasa Antisolven

Variasi ini sebagai sel surya yang pada proses PbBr_2 dimodifikasi dengan ditambahkan antisolven klorobenzena dengan volume 50-100 μL pada detik ke 8 dari proses *spin coating*.

3.4.4.1 Deposisi Lapisan TiO_2

Proses deposisi lapisan TiO_2 dilakukan dengan prosedur yang sama seperti pada kontrol layer, menggunakan parameter spin coating 3000 rpm, akselerasi 2000 rpm/s selama 30 detik.

3.4.4.2 Deposisi PbBr_2 dengan Antisolven

Deposisi lapisan PbBr_2 dilakukan menggunakan metode *spin coating*. Sebanyak 90 μL larutan PbBr_2 yang sudah dipanaskan di 90°C ditetaskan pada substrat yang sudah dipanaskan dan di *spin coat* dengan parameter 2000 rpm, akselerasi 1000 rpm/s. Pada detik ke-8 dari proses *spin coating*, klorobenzena sebagai antisolven ditetaskan menggunakan mikropipet sebanyak 50-100 μL

dengan cepat. Teknik ini bertujuan untuk mengontrol nukleasi dan pertumbuhan kristal PbBr_2 sehingga menghasilkan morfologi yang lebih uniform.

3.4.4.3 Deposisi CsBr dan Proses Lanjutan

Setelah PbBr_2 diannealing pada 90°C selama 40 menit, deposisi CsBr dilakukan dengan prosedur yang sama seperti kontrol layer. Substrat kemudian diproses dengan tahapan annealing, perendaman dalam IPA, dan annealing akhir untuk pembentukan perovskit CsPbBr_3 .

3.4.5 CsBr dengan Rekayasa Antisolven

Variasi ini sebagai sel surya yang pada proses CsBr dimodifikasi dengan ditambahkan antisolven metanol dengan volume $70\ \mu\text{L}$ pada detik ke 8 dari proses *spin coating*. Proses ini bertujuan untuk meningkatkan supersaturasi lokal pada lapisan CsBr basah, sehingga mempercepat nukleasi dan pertumbuhan kristal CsPbBr_3 . Sehingga, film perovskit yang terbentuk menunjukkan ukuran butir lebih besar dan distribusi yang lebih seragam.

3.4.5.1 Deposisi TiO_2 dan PbBr_2

Deposisi lapisan TiO_2 dan PbBr_2 dilakukan dengan prosedur standar (kontrol) tanpa antisolven, mengikuti parameter yang telah dioptimisasi sebelumnya. Pada tahap ini, lapisan TiO_2 diproses dengan spin coating pada 3000 rpm selama 30 detik untuk membentuk lapisan transport elektron yang kompak dan padat. Setelah annealing pada 500°C selama 15 menit, lapisan PbBr_2 dideposisi pada substrat TiO_2 dengan spin coating pada 2000 rpm selama 30 detik, diikuti annealing pada 90°C selama 40 menit. Proses ini menghasilkan film PbBr_2 yang homogen sebagai dasar untuk reaksi selanjutnya dengan CsBr.

3.4.5.2 Deposisi CsBr dengan Antisolven

Deposisi CsBr dilakukan menggunakan antisolven dengan metanol. Sebanyak $200\ \mu\text{L}$ larutan CsBr ditetaskan dan di *spin coat* dengan parameter 2000 rpm, akselerasi 1000 rpm/s selama 30 detik. Pada detik ke-8 dari proses spin

coating, methanol sebagai antisolven ditetaskan menggunakan mikropipet sebanyak 70 μL .

3.4.6 Kombinasi PbBr_2 dan CsBr dengan Rekayasa Antisolven

Metode ini menggabungkan rekayasa antisolven pada kedua tahap deposisi PbBr_2 dan CsBr . Deposisi TiO_2 dilakukan dengan prosedur standar, diikuti dengan deposisi PbBr_2 menggunakan klorobenzena dan deposisi CsBr menggunakan Metanol. Untuk PbBr_2 , klorobenzena (70 μL) ditetaskan pada detik ke-8, sedangkan untuk CsBr , metanol (70 μL) diaplikasikan pada detik ke-8.

3.4.7 Karakterisasi

Sel surya CsPbBr_3 dengan variasi antisolven dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis, *sun simulator* (IV), *Electrochemical Impedance Spectroscopy* (EIS), *X-Ray Diffractometer* (XRD), *Scanning Electron Microscope* (SEM). Data hasil karakterisasi dapat digunakan untuk menentukan ukuran butir pada layer, efisiensi sel surya dalam mengubah sinar menjadi energi listrik, tingkat absorbansi cahaya, hambatan listrik dan hambatan rekombinasi, dan menentukan struktur kristal CsPbBr_3 pada layer yang sudah dibuat.